

# Instituto Tecnológico de Durango



## ING. QUIMICA

PROTOCOLO DE TESIS PROFESIONAL

“PROTOTIPO PARA PRODUCCIÓN DE  
PARTÍCULAS ESFERICAS POR EXTRUSIÓN”

Presenta: Hever Alan Valero Soria

02040802

Director: Dr. Carlos Francisco Cruz Fierro

Octubre/2007

## INDICE

	<b>PÁGINA</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>1</b>
<b>JUSTIFICACIÓN</b>	<b>2</b>
<b>MARCO TEÓRICO</b>	<b>3</b>
<b>OBJETIVOS GENERALES</b>	<b>10</b>
<b>OBJETIVOS ESPECÍFICOS</b>	<b>10</b>
<b>MÉTODO EXPERIMENTAL</b>	<b>11</b>
<b>CRONOGRAMA</b>	<b>13</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>14</b>

## INTRODUCCIÓN

El objetivo de este proyecto es el diseñar y construir un equipo para producción de partículas esféricas (Figura 1) por extrusión de una solución y goteo en otra solución polimerizante. Con este tipo de equipo se podrá producir partículas casi perfectamente esféricas y de diámetros diferentes. Las partículas obtenidas pueden ser utilizadas en investigación de sistemas y procesos químicos de interés para la industria.

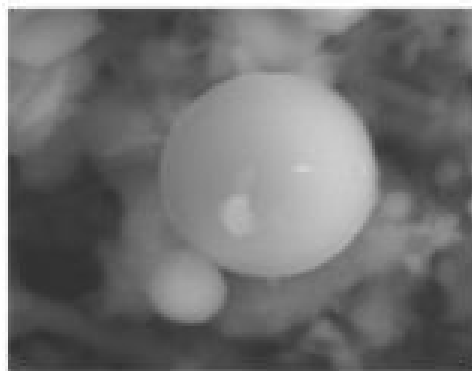


Figura 1. Ejemplo de partícula esférica

Una posible aplicación de estas partículas es el estudio de lechos fluidizados. A la solución que se va a extruir se puede agregar aditivos para cambiar las propiedades físicas y químicas de las partículas; por ejemplo la adición de materiales magnéticos para fluidización asistida magnéticamente (MAFB, magnetically assisted fluidized bed) para la declorinación de hidrocarburos clorinados en agua y lodos. (Graham *et al.*, 1998).

## JUSTIFICACIÓN

En los últimos años, la tecnología química y bioquímica ha experimentado grandes avances y, paralelamente sus aplicaciones industriales en la obtención de productos químicos, en la industria alimentaria y farmacéutica. Muchos de estos procesos implican el uso de partículas sólidas.

Este tipo de partículas, en pequeñas cantidades para investigación a nivel laboratorio, pueden ser producidas por extrusión de una solución y goteo en una segunda solución polimerizante (por ejemplo, soluciones de alginato de sodio y de cloruro de calcio). Por este motivo, es necesario diseñar y construir un equipo en el cual se podrá y producir distintas partículas de diferentes tamaños, diámetros, y demás propiedades físicas y químicas. Estas partículas pueden tener distintas aplicaciones como por ejemplo inmovilización de células en aguas residuales para la remoción de nitrógeno, fósforo, metales pesados y metaloides e hidrocarburos, así como también en la industria alimenticia entre otras, con lo cual podremos disponer de herramientas con las cuales podrá conocer y experimentar un gran número de variaciones de las condiciones del problema, ya sea en búsqueda de un óptimo, o para entender más a fondo el comportamiento del sistema en cuestión.

Al obtener datos del comportamiento de las partículas de cada lote se estará evaluando las distintas condiciones de operación y el desempeño del equipo, con el fin de obtener una representación más realista del fenómeno físico en cuestión.

Dada su amplia aplicabilidad en procesos industriales en general, y en procesos de índole ambiental, el disponer de datos experimentales en los cuales se usara en un principio en columnas fluidización las partículas para este tipo de tratamientos tiene un alto potencial de impacto en investigación y desarrollo tecnológico.

## MARCO TEÓRICO

### Fluidización

La fluidización es un proceso por el cual una corriente ascendente de fluido (líquido, gas o ambos) se utiliza para suspender partículas sólidas. Desde un punto de vista macroscópico, la fase sólida (o fase dispersa) se comporta como un fluido, de ahí el origen del término "fluidización". Al conjunto de partículas fluidizadas se le denomina también "lecho fluidizado".

Un lecho consiste en una columna formada por partículas sólidas, a través de las cuales pasa un fluido (líquido o gas). Si el fluido se mueve a velocidades bajas a través del lecho no produce movimiento de las partículas, pero al ir incrementando gradualmente la velocidad llega un punto donde las partículas no permanecen estáticas sino que se levantan y agitan; dicho proceso recibe el nombre de fluidización.

Los lechos fluidizados tienen variedad de aplicaciones, entre las cuales se pueden mencionar (Epstein, 2003):

- Clasificación mecánica de partículas en base a su tamaño, forma o densidad.
- Lavado o lixiviación de partículas sólidas.
- Cristalización.
- Adsorción e intercambio iónico.
- Intercambiado de calor en lecho fluidizado.
- Reacciones catalíticas heterogéneas (incluyendo la descomposición catalítica del petróleo).
- Combustión de carbón en lecho fluidizado.
- Gasificación de carbón en lecho fluidizado.
- Biorreactores de lecho fluidizado.

Entre las aplicaciones recientes de los lechos fluidizado en la rama de procesos ambientales se pueden observar:

- Separación y clasificación de desechos sólidos.
- Gasificación de biomasa en lechos fluidizados.
- Incineración de biomateriales por fluidización.
- Biofiltros de lecho fluidizado.
- Biorremediación con microorganismos fijos en partículas sólidas fluidizadas.
- Remoción de sólidos suspendidos en aguas residuales (Jovanovic *et al.*, 2005).

## **Extrusión**

La extrusión puede definirse como un proceso continuo basado en la aplicación de presión, en la que un flujo es forzado a pasar a través de un tubo de menor diámetro, haciéndolo salir por una abertura especialmente dispuesta.

En industria, la extrusión consiste en la utilización de un flujo continuo de materias primas para la obtención de productos, generalmente metalúrgicos, plásticos y alimenticios (aperitivos con formas, alimento de mascotas). Las materias primas se someten a fusión, transporte, presión y deformación.

## **Alginatos**

Las algas pardas de la familia de las "feofíceas" constituyen la materia prima principal en la producción de alginato. El alginato es un componente de la pared celular de tales organismos y se encuentra formando un complejo insoluble de ácido algínico y sus sales cálcica, magnésica y de metales alcalinos en varias proporciones.

El alginato, en forma de sal sódica, potásica o magnésica, es soluble en soluciones acuosas a pH por encima de 3.5. También es soluble en mezclas de agua y solventes orgánicos miscibles con ella, como el alcohol, pero es insoluble

en leche, por la presencia de calcio. La viscosidad de las soluciones de alginato depende de la concentración, elevándose mucho a partir del 2%, y de la temperatura, disminuyendo al aumentar ésta. Las soluciones de alginato tienen un comportamiento no newtoniano, con una viscosidad que disminuye mucho al aumentar la velocidad del movimiento. En ausencia de calcio, el alginato se pliega formando cada uno de los bloques constituyentes hélices mantenidas por puentes de hidrógeno. En presencia de calcio, el alginato puede formar una estructura conocida como "caja de huevos". En esta estructura, los iones de calcio se sitúan como puentes entre los grupos con carga negativa del ácido gulurónico (Figura 2).

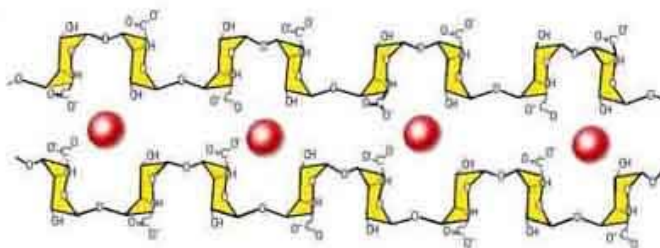


Figura 2. Estructura del alginato.

### Estabilidad de las soluciones de alginato

Las sales de cationes monovalentes [ $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $(\text{CH}_2\text{OH})_3\text{NH}^+$ ] del ácido alginico y su éster de propilenglicol son solubles en agua; no así el ácido alginico y la sal cálcica. Las soluciones neutras de alginatos de baja a media viscosidad pueden ser mantenidas a  $25^\circ\text{C}$  por varios años sin apreciable pérdida de viscosidad y además con muy baja susceptibilidad al ataque microbiano. Las soluciones de alginatos altamente polimerizados son poco estables aún a temperatura ambiente y tienen tendencia a sufrir de polimerización a medida que se incrementa la temperatura.

En cuanto a la compatibilidad con otros compuestos, como las soluciones de alginatos contienen un polisacárido anión, pueden dar productos insolubles al mezclarse con ciertos cationes. Tales soluciones resultan incompatibles con la mayoría de los cationes di y trivalentes, con las sales de amonio cuaternarias

usadas generalmente como bactericidas, con ácidos lo suficientemente fuertes como para producir la precipitación del ácido algínico y con álcalis fuertes, los cuales producen una ruptura gradual de las cadenas polisacáridos.

### **Solubilidad**

La solubilidad del alginato se ve afectada por factores físicos como químicos.

**Factores físicos:** La solubilización de los compuestos de alginato se ve afectada tanto por el tamaño como por la forma de las partículas. Usualmente se prefiere un material basto o grosero cuyas partículas resultan más fáciles de dispersar y suspender, aunque tienen una baja velocidad de hidratación. Las partículas finas se disolverán más rápidamente, pero existe mayor riesgo de que se aglomeren; éste efecto puede disminuirse diluyendo el alginato en presencia de otro polvo, por ejemplo azúcar. La cantidad de alginato que se disolverá en agua está limitada por la naturaleza física de las soluciones, más que por la solubilidad del compuesto en sí. Al incrementarse la concentración de alginato, la solución pasa de un estado de líquido viscoso a una pasta espesa, punto en el cual se vuelve muy difícil de dispersar el alginato remanente.

**Factores químicos:** La solubilización de estos productos en agua resulta difícil si se realiza en presencia de compuestos que compiten con las moléculas de alginato por el agua necesaria para su hidratación. Así, la presencia de azúcares, almidón o proteínas en el agua reducirá la proporción de hidratación y se requerirán mayores tiempos de mezcla. Las sales de cationes monovalentes (como el NaCl) tienen un efecto similar a concentraciones cercanas al 0.5%. Lo mejor es agregar todas estas sustancias después de que el alginato fue hidratado y disuelto.

La presencia de pequeñas cantidades de cationes polivalentes inhibe la hidratación de los alginatos y proporciones elevadas de los mismos causan su precipitación. El alginato sódico resulta de difícil disolución en aguas duras y leche debido a que ambas contienen iones calcio; éstos deben ser primero secuestrados



con un agente complejante tal como hexametáfosfato de sodio o ácido etilenediaminotetraacético (EDTA).

Los alginatos en general son insolubles en solventes miscibles con el agua como ser alcoholes y cetonas. Las soluciones acuosas (1%) de la mayoría de los alginatos toleran la adición de 10-20% de tales solventes; pero proporciones mayores impiden una correcta hidratación de las moléculas.

### **Viscosidad**

La viscosidad es la propiedad fundamental de las soluciones de alginato y junto a su reactividad frente al calcio, es la que genera las características únicas de tales compuestos como espesantes, estabilizantes, gelificantes, etc.

A las concentraciones empleadas en la mayoría de las aplicaciones, las soluciones de alginato tienen un comportamiento pseudo-plástico, es decir que la viscosidad decrece al aumentar el grado de cizallamiento (por agitación o bombeo). Este efecto es reversible, excepto a velocidades de corte muy elevadas, y es más marcado en las soluciones de alginatos de alto peso molecular y las de alginato sódico que contienen iones calcio. Algunas de estas soluciones pueden presentar incluso un comportamiento tixotrópico, en el cual la viscosidad varía con el tiempo a una velocidad de agitación constante.

La viscosidad de las soluciones de alginatos puede ser muy variable y es función de numerosos factores, entre los que cabe mencionar los siguientes:

**Peso molecular:** Cuanto mayor es PM del alginato, más viscosas resultan sus soluciones. Los productores pueden controlar el PM de los compuestos de alginato (grado de polimerización) variando las condiciones de extracción y manufactura. Se ofrecen generalmente productos con GP comprendidos entre 100 y 1000 unidades, que dan viscosidades en el rango de 10 a 1000 mPa·s para soluciones al 1%.

**Concentración:** Los alginatos comerciales pueden obtenerse en diferentes grados de viscosidad alto, medio y bajo, la que puede controlarse variando las concentraciones empleadas dentro de un rango más o menos estrecho.

**Temperatura:** Las soluciones de alginatos se comportan igual que otros fluidos en la dependencia de la viscosidad con la temperatura: dentro de cierto rango, la viscosidad de tales soluciones decrece aproximadamente 2.5% por cada grado de incremento en la temperatura. El proceso es reversible, pudiendo la solución volver a su viscosidad inicial por enfriamiento. Sin embargo, si las soluciones de alginatos se mantienen a temperaturas elevadas (50°C) durante períodos extensos, la viscosidad decrece irreversiblemente debido a un proceso de despolimerización; comportamiento que deberá tenerse muy en cuenta durante el almacenamiento de los productos obtenidos industrialmente.

**pH:** La viscosidad de las soluciones de alginato de sodio es casi independiente del pH en el rango entre 5 y 10, presentando un valor ligeramente mayor cerca de la neutralidad (pH 6-8) debido a efectos repulsivos de los grupos carboxilos cargados negativamente ( $\text{COO}^-$ ), los que mantienen extendidas las cadenas del polímero e incrementan su capacidad de unión de moléculas de agua. Por debajo de pH 4.5 la viscosidad tiende a incrementarse por la disminución de la solubilidad del ácido algínico libre, el cual precipita en forma de gel a un pH de 3 a 3.5.

**Fuerza iónica:** la viscosidad de las soluciones de alginato de sodio decrece levemente por la adición de sales de cationes monovalentes. Como es frecuente con otros poli-electrolitos, el polímero en solución tiende a contraerse al aumentar la fuerza iónica de la misma. Este efecto se hace máximo a concentraciones salinas cercanas a 0.1 N.

Los alginatos disponibles en el mercado se comercializan, en su mayoría, en forma de sales hidrosolubles, libres de celulosa, blanqueadas y purificadas, entre las que se incluyen las siguientes:

- Ácido algínico
- Alginato de sodio
- Alginato de potasio
- Alginato de amonio
- Alginato de calcio
- Alginato de propilenglicol

También se producen compuestos combinados, tales como:

- Alginato de amonio-calcio
- Alginato de sodio-calcio

La importancia de los alginatos como insumo para las industrias alimenticias, farmacéuticas y química en general, está dada por su propiedad hidrocoloide; esto es, su capacidad de hidratarse en agua caliente o fría para formar soluciones viscosas, dispersiones o geles. Los alginatos son, de esta manera, únicos en cuanto a sus propiedades como espesantes, estabilizantes, gelificantes y formadoras de películas; resultando en un sin número de aplicaciones.

## **OBJETIVO GENERAL**

Diseñar y construir un prototipo producción de partículas esféricas por extrusión.

## **OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- ⇒ Diseñar el contenedor de la solución y la cámara de aire de corte.
- ⇒ Construir el equipo de extrusión.
- ⇒ Producir y elaborar partículas de distintos tamaños y diámetros que abarquen diferentes condiciones de operación del equipo de extrusión.
- ⇒ Determinar la distribución de tamaños de partículas de cada lote de partículas obtenido para evaluar el desempeño del equipo.

## MÉTODO EXPERIMENTAL

Se diseñará un equipo experimental para la elaboración de partículas de alginato, que se montará en el Laboratorio de Ingeniería Química. En base al rango de condiciones de operación, se seleccionarán las dimensiones del equipo y los accesorios (válvulas, etc.) e instrumentación básica (medidores de flujo y presión) necesarios.

Enseguida se procederá a una selección de distintos materiales de cual será diseñado el equipo con relación a costo y desempeño del material. Una vez que es seleccionado el material se procederá a construir el contenedor de solución, utilizando un tramo de tubo de 4", una reducción cónica de 4" a 2", un adaptador rosca de 2" y una reducción campana de 2" a  $\frac{3}{4}$ ".

Para la cámara de corte (Figura 3) se utilizará un tubo galvanizado de  $\frac{3}{4}$ ", dentro del tubo se instalara una jeringa con su aguja en la cual se utilizaran 3 diferentes tipos de agujas; enseguida se diseñara una pieza de aluminio o plástico la cual va a tener la función de corte de la gota.

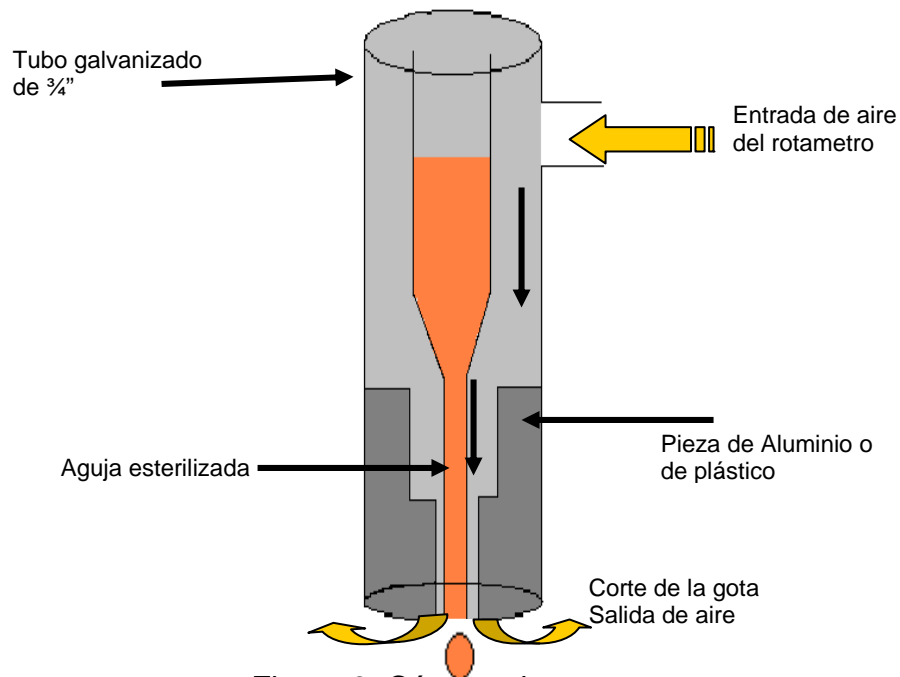


Figura 3. Cámara de corte

así como también el equipo de extrusión (Figura 4), al cabo de terminar la construcción del equipo se realizaran pruebas preliminares del equipo y de las producción de las partículas.

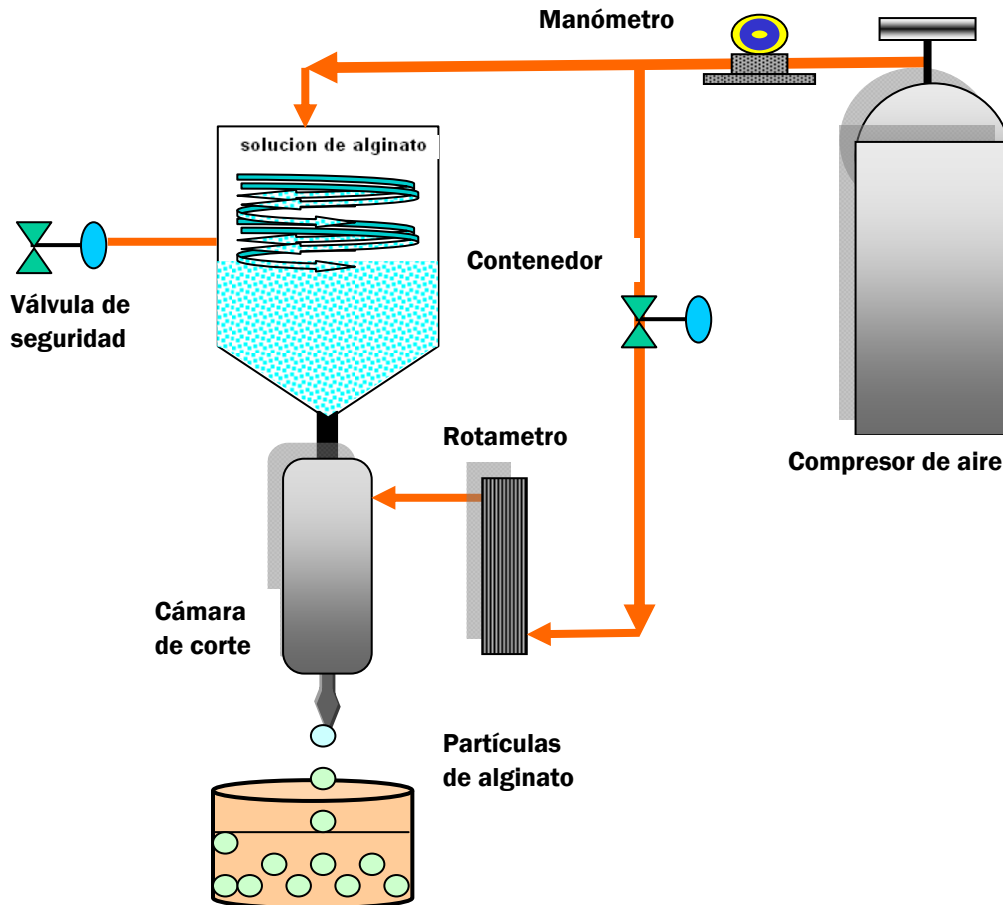


Figura 4. Diagrama del generador de partículas por extrusión.

A las partículas obtenidas se les determinará el diámetro y se analizará cómo es afectado por las tres variables que se modificarán: presión de aire dentro del contenedor, flujo de aire de la cámara de corte, así como también los diferentes diámetros de la aguja.

**CRONOGRAMA**

<b>ACTIVIDAD</b>	<b>Feb-08</b>	<b>Mar-08</b>	<b>Abr-08</b>	<b>May-08</b>	<b>Jun-08</b>
REVISION BIBLIOGRÁFICA					
SELECCIÓN DEL MATERIAL					
DISEÑO Y ELABORACIÓN DEL EQUIPO					
PRUEBAS PRELIMINARES DEL EQUIPO					
OBTENCIÓN DE DATOS					
ANÁLISIS DE DATOS					
REDACCIÓN DE TESIS					
EXAMEN PROFESIONAL					

---

---

**BIBLIOGRAFÍA**

- ✚ Cruz-Fierro (2005). "Hydrodynamic Effects Of Particle Chaining In Liquid-Solid Magnetofluidized Beds: Theory, Experiment, And Simulation": Thesis for the degree of Doctor of Philosophy in Chemical Engineering, Oregon State University, U.S.A.
  
- ✚ Dalla Lasta. "Alginatos"  
[http://www.monografias.com/trabajos12/alginato/alginato.shtml#fuente\\_de\\_obtención](http://www.monografias.com/trabajos12/alginato/alginato.shtml#fuente_de_obtención)  
fecha de acceso 25/09/2007
  
- ✚ Epstein, N (2003). "Liquid-Solids Fluidization". Capitulo del libro Handbook of Fluiditazion and Fluid-Particle System, W C. Yang (editor). New York, Marcel Dekker, Inc.: 705-764.
  
- ✚ Escalona, I., "Plásticos y aplicaciones-caso practico en la UPIICSA"  
<http://www.monografias.com/trabajos13/plapli/plapli2.shtml>  
Fecha de acceso 25/09/2007
  
- ✚ Graham, L; Pinto-Espinoza, J; Jovanovic, G (1998). "Slurry Fluidization in a Magnetically Stabilized Fluidized Bed", *Ubamari* **44**, 21-24.
  
- ✚ Jovanovic, Sornchamni, Reed, Cruz Fierro, Atwater, Akse y Wheeler Jr. (2005). "Magnetically Assisted Filtration of Solid Waster: Laboratory and Flight Experiments": SAE Technical Paper Series (ISSN 0148-7191) paper 2005-01-3082, 35th International Conference on Environmental Systems (ICES) , Rome, Italy, July 11-14, 2005.
  
- ✚ Kirk, Raymond; Othmer, Donald F. (1998) "Enciclopedia de Tecnología Química". 1ª edición. 1 vol. México: Limusa.
  
- ✚ Levenspiel y Kunii (1991). "Fluidization Engineering". Butterwort-Heinemann Series in Chemical Engineering. 61 – 63 p.



- ✚ Mc Cabe, W. L. y J. C. Smith (2002). "Operaciones Unitarias en Ingeniería Química", Sexta Edición, Editorial Mc Graw Hill, México.
  
- ✚ Pinto-Espinoza, Joaquín (2003). "Dynamic behavior of ferromagnetic particles in a liquid-solid magnetically assisted fluidized bed (MAFB): Theory, Experiment, and CFD-DPM simulation". Tesis doctoral en Ingeniería Química, Oregon Sate University, U.S.A.
  
- ✚ Perry, R. y D. Green (1984). "Manual del Ingeniero Químico", Sexta Edición, Editorial Mc Graw Hill, Nueva York.